

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-124076

(43)Date of publication of application : 24.04.1992

(51)Int.Cl.

C04B 41/87
C04B 35/58
H01L 21/203

(21)Application number : 02-243038

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 13.09.1990

(72)Inventor : KUBOTA YOSHIHIRO
HARADA KESAJI
KIMURA NOBORU

(54) CERAMIC HEATER HAVING PLURAL LAYERS

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve adhesiveness of a ceramic base material with a carbon filmy heater by applying a synthetic organic compound on a highly purified ceramic so as to become a circuit pattern and calcining.

CONSTITUTION: A synthetic organic compound composed of a thermosetting resin (e.g. PVC) containing ≤ 50 ppm metallic impurities is applied on a ceramic base material (e.g. AlN) containing ≤ 10 ppm metallic impurities produced by a chemical vapor depositing method so as to become a desired circuit pattern and calcined in an inert gas atmosphere at a temperature (800-2200° C) above decomposing temperature of the organic compound to afford a ceramic heater having plural layers formed of a carbon filmy heater of $\leq 100\mu\text{m}$ thickness on the ceramic base material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平4-124076

⑬ Int. Cl.⁵

C 04 B 41/87
35/58
H 01 L 21/203

識別記号

103

庁内整理番号

H 8821-4G
M 7630-4M

⑭ 公開 平成4年(1992)4月24日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全4頁)

⑮ 発明の名称 複層セラミックス・ヒーター

⑯ 特 願 平2-243038

⑰ 出 願 平2(1990)9月13日

⑱ 発 明 者 久保田 芳宏 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社
精密機能材料研究所内

⑲ 発 明 者 原田 今朝治 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社
精密機能材料研究所内

⑳ 発 明 者 木 村 昇 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社
精密機能材料研究所内

㉑ 出 願 人 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 山本 亮一 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

複層セラミックス・ヒーター

2. 特許請求の範囲

1) 高純度セラミックスに合成有機化合物を所望の回路パターンになるように塗布し、該有機化合物をその分解温度以上の温度で焼成して炭素膜ヒーターとしてなることを特徴とする複層セラミックス・ヒーター。

2) 高純度セラミックスが化学気相蒸着法で作られた、金属不純物量が10ppm以下の熱分解炭化ほう素である請求項1に記載した複層セラミックス・ヒーター。

3) 合成有機化合物が金属不純物量50ppm以下の熱硬化性樹脂である請求項1に記載した複層セラミックス・ヒーター。

4) 合成有機化合物の焼成が800～2,200℃の温度で行なわれる請求項1に記載した複層セラミックス・ヒーター。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は複層セラミックス・ヒーター、特に高純度であり、高温、高真空下でも金属不純物などが飛散することがないことから、半導体産業、宇宙産業などに好適とされる複層セラミックス・ヒーターに関するものである。

〔従来の技術〕

近年の技術進歩に伴って産業界、とりわけ半導体工業においては多くの加熱プロセスが必要とされることから、各種の加熱プロセスにおけるヒーターに対する要求特性が厳しいものになっている。

すなわち、半導体工業において使用される加熱ヒーターについては、加熱時にヒーターから飛散する金属不純物によってデバイスに悪影響が与えられたり、真空度が低下するという不利が生じることがあることから、この加熱ヒーターとしてはアルミナ、窒化アルミニウム、シリコニア、石英などの焼結体にモリブデン、タングステンなど

の高融点金属の線や箔をヒーターとして巻きつけるか、接着したものを用いられている。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかし、これらの加熱ヒーターはこの焼結体に焼結バインダーからの金属不純物や脱脂不十分による炭素などが混入しているという不利があるほか、これには加熱ヒーターの組み立てが煩雑であるし、被加熱体に直接ヒーターが接触できないので精密な温度コントロールが難しく、さらにはヒーターが金属製であるために熱による変形、脆化が発生し易く、短絡やスパークなどのトラブルがしばしば生じるという欠点がある。

そのため、この種の加熱ヒーターについては熱分解窒化ほう素(以下PBNと略記する)成形体の上に熱分解炭素(以下PGと略記する)の膜を蒸着したのち、このPG部分を切削加工してヒーター回路とするというものも開発されているが、このものは高純度であるけれどもPGが熱分解法で作られるものであるために反応に長時間が必要であるし、このヒーター回路がその切削加工で行なわれ

るものであるために極めて高価なものとなり、また複雑形状のものは製作することができないという不利がある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明はこのような不利を解決した複層セラミックス・ヒーターに関するものであり、これは高純度セラミックスに合成有機化合物を回路パターンとなるように塗布し、該有機化合物をその分解温度以上の温度で焼成して炭素膜ヒーターとしてなることを特徴とするものである。

すなわち、本発明者らはヒーターからの不純物汚染がないし、変形や脆化も少なく、コンパクトでかつ安価に複雑形状にも対応できるヒーターを開発すべく種々検討した結果、高純度セラミックス基体に合成有機化合物を所望の回路パターンに塗布したのち、これをその分解温度以上の温度で焼成すれば、この有機化合物が炭素膜ヒーターとなり、セラミックス基体の上にこの炭素膜ヒーターが強固に接合した複層セラミックス・ヒーターの得られることを見出すと共に、このものは

高純度であることからヒーターからの不純物による汚染がなく、これは変形、脆化することもないので、分子線エビタキシィー(MBE)、MOCVD、プラズマCVD、スパッター、電子線照射(EB)装置などのように精密な温度コントロールが必要とされるものの加熱用ヒーター、また高真空下での脱ガス、不純物の飛散を嫌う加熱用ヒーターとして有用とされることを確認して本発明を完成させた。

以下にこれをさらに詳述する。

〔作用〕

本発明は高純度セラミックスに炭素膜ヒーターを取りつけた複層セラミックス・ヒーターに関するものである。

本発明の複層セラミックス・ヒーターを構成するセラミックス基体は絶縁性の高純度セラミックスから作られたものとされる。

このセラミックス基体としてはアルミナ、ジルコニア、二酸化けい素、マグネシア、ベリリア、チタニア、窒化アルミニウム、窒化けい素、窒化

ほう素、窒化チタンまたはこれらの複合体が例示されるが、これが多量の金属不純物を含んでいると高温、高真空下での使用中にこの不純物が飛散して被処理物に混入するおそれがあるので、これは金属不純物量が10ppm以下である高純度のものとする必要がある。したがって、このセラミックス基体は化学気相蒸着法(CVD法)で作られたものとするのがよいが、これは耐熱性、ヒートショック性がよく、また脱ガスもない熱分解窒化ほう素(PBN)とすることがよい。

また、この複層セラミックス・ヒーターを構成する炭素膜ヒーターは合成有機化合物の焼成で作られたものとされる。これはこの有機化合物が天然のものであると不純物の含有量が極めて多いので、化学的に合成されたものとする必要があるとされるのであるが、これにはポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリスチレン、ポリエチレンなどの熱可塑性樹脂、フェノール樹脂、フルフラール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂などの熱硬化性樹脂などが例示される。

この合成有機化合物による炭素膜ヒーターの形成は、合成有機化合物を前記したセラミックス基体上に所望の回路パターンが形成されるように塗布したのち、これをその熱分解温度以上の温度で焼成し、炭化させることによって行なわれるが、この際熱によるダレの発生、形成パターンの変形がないことが望ましいので、この合成有機化合物は熱硬化性樹脂からなるものとするのがよい。また、このようにして形成された炭素膜ヒーターはセラミックス基体に強固に接合していることが必要とされるが、これはこの焼成雰囲気と焼成温度を選択することが重要であり、この雰囲気は高純度のアルゴン、ヘリウムなどの不活性ガス雰囲気とすればよく、この焼成温度は該有機化合物の炭素化が約800～1,500℃で行なわれ、1,500℃以上では黒鉛化が始まり、2,200℃までは温度の上昇と共に硬さが増加し、電気抵抗が低下するが、2,200℃を超えると炭素膜の分解が始まるので、これは800～2,200℃の範囲とすればよい。なお、この炭素膜も金属不純物を多量に含んでい

させて、100mmφ、厚さ1mmの熱分解窒化ほう素(PBN)成形体を作ったところ、このPBN中の金属不純物量は8ppmであった。

ついでこのPBN成形体の上にエポキシ樹脂-エポコート815【油化シエルエポキシ樹脂製商品名】をスクリーン印刷で3mm幅の渦形の回路パターン状に塗布し、アルゴンガス雰囲気中において800℃までは150℃/分の速度で、1,900℃までは250℃/分の速度で加熱し、この温度で5時間焼成してから冷却したところ、PBN成形体上に炭素膜が2.8mm幅、厚み2.0mmで渦状に形成されたものが得られたので、この炭素膜の渦形の両端にモリブデンの電極をカーボンビスで取り付けて複層セラミックス・ヒーターを作った。

つぎにこれを分子線エビタキシー(MBE)装置の基板加熱装置として用いてGaAsの膜を形成し、この膜の20℃における電子移動度を測定したところ、 $8,400\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{sec}$ という値が得られ、これは理論値としての $8,500\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{sec}$ に近いものであるので、極めて良好な高純度GaAs膜の得られたことが

るとこのヒーターから出る不純物によって被処理物に不良が発生するので、これは金属不純物量が50ppm以下のものとする必要があるが、またこの炭素膜の厚さはヒートサイクルなどによる割断を回避するため100μm以下、好ましくは50μm以下のものとすればよい。

本発明の複層セラミックス・ヒーターは高純度のセラミックス基体上に合成有機化合物の焼成で作製した炭素膜ヒーターを形成させた2層構造体のものとされるが、これは必要に応じこの炭素膜ヒーターの上に高純度セラミックスを接合した3層構造のものとしてもよいし、さらにはこの2層構造のものを何段にも組み合わせた多層構造のものとしてもよく、これによれば容易に、しかも安価に高純度の複層セラミックス・ヒーターを得ることができるという有利性が与えられる。

【実施例】

つぎに本発明の実施例、比較例をあげる。

実施例

三塩化ほう素とアンモニアとを2トールの減圧下に1,900℃の温度で15時間、化学気相蒸着反応

確認された。

比較例

メタノール洗浄後、2,000℃、50時間の熱処理により高純度化処理された窒化ほう素焼結体(BN)で100mmφ、厚さ5mmの円板を製作したところ、このものの金属不純物量は35ppmであった。

ついで、このBN成形体上に精製した天然ゴム溶液(金属不純物含有量70ppm)を用いて実施例1と同様の方法で渦形の炭素膜を形成し、実施例1と同様に電極を設けて複層セラミックス・ヒーターを作った。

つぎにこれをMBE装置の基板加熱装置として用いてGaAsの膜を形成し、この膜の電子移動度を測定したところ、これは $2,000\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{sec}$ でこれは不良品であった。

【発明の効果】

本発明は複層セラミックス・ヒーターに関するもので、これは前記したように高純度セラミックスに合成有機化合物を所望の回路パターンになるように塗布し、該有機化合物をその分解温度以上

の温度で焼成して炭素膜ヒーターとしてなることを特徴とするものであり、これによれば炭素膜ヒーターがセラミックスに強固に接合するし、セラミックス、炭素膜ヒーターが高純度であるので、これを加熱ヒーターとしたときにヒーターからの不純物による汚染がなく、これはまた加熱により変形、脱化することもないので、このものは分子線エビタキシー(MBE)、MOCVD、プラズマCVD、スパッター、電子線照射(BE)装置などの加熱用ヒーターとして、また高温、高真空下での脱ガス、不純物の飛散を嫌う加熱用ヒーターとして有用とされるという有利性が与えられる。

特許出願人 信越化学工業株式会社

代理人・弁理士 山本 亮一

〃 〃 荒井 謙司